



PENGARUH DOPAN TiO_2 TERHADAP SIFAT FISIK DAN IDENTIFIKASI FASA KERAMIK ZnO-TiO_2

Udin Chaerudin¹, Budiarto²

¹ P3FT, LIPI, Kawasan PUSPIPTEK, Serpong, Tangerang, 15314

² P3IB, BATAN, Kawasan PUSPIPTEK, Serpong, Tangerang, 15314

ABSTRAK

PENGARUH DOPAN TiO_2 TERHADAP SIFAT FISIK DAN IDENTIFIKASI FASA KERAMIK ZnO-TiO_2 . Pengaruh variasi penambahan TiO_2 pada matriks ZnO terhadap identifikasi fasa, densitas dan kekerasan pada pembuatan bahan keramik ZnO-TiO_2 telah dilakukan. Campuran 2 serbuk dengan variasi persen molekul $\text{ZnO} : \text{TiO}_2$ (95 : 5, 90 : 10, 85 : 15, 80 : 20, dan 75 : 25), dikompaksi dingin 4,5 ton/cm², disinter pada temperatur 1250°C selama 1jam. Karakterisasi hasil pembuatan dilakukan terhadap densitas, kekerasan, dan identifikasi fasa. Hasil analisis difraktogram, menunjukkan bahwa fasa dominasi untuk bahan keramik ZnO-TiO_2 yang terbentuk adalah fasa β pseudokubik tetragonal ZnO . Hasil analisis sifat fisik menunjukkan bahwa nilai kekerasan dan densitas turun dengan bertambahnya TiO_2 pada matrik ZnO yaitu nilai kekerasan dari 745,7 – 408,6 Hv dan densitas dari 5,52 – 4,83 g/cm³.

ABSTRACT

THE EFFECT OF TiO_2 DOPANT PHYSIC ON PROPERTIES AND PHASE IDENTIFICATION OF ZnO-TiO_2 CERAMIC. Study of the influence addition of TiO_2 into ZnO matrix in the fabrication of ZnO-TiO_2 ceramic material have been completed. Synthesis of ZnO-TiO_2 ceramic material was made by using powder metallurgy technique. Mixtures of ZnO-TiO_2 with ratio (95 : 5, 90 : 10, 85 : 15, 80 : 20, and 75 : 25) were pressed at 4,5 ton/cm², sintered at 1250 °C during 1 hour. Characterization of ZnO-TiO_2 ceramic was made for its density, hardness, and the phase identification. Diffractogram analysis shows that pseudocubic tetragonal ZnO dominates the phase of ZnO-TiO_2 ceramic. Physical identity analysis shows that the hardness and density decreases proportionally to the increase of the addition dopant. The result of physically analysis show that hardness value and density decreased with added TiO_2 in ZnO matrix is from 745.7 – 408.6 Hv, and the density was decrease from 5.52 – 4.83 g/cm³.

PENDAHULUAN

Perkembangan teknologi selalu menuntut dikembangkan material baru yang diharapkan dapat memenuhi kebutuhan yang ada. Bahan keramik kecerdasan pasif memiliki kemampuan merespon perubahan eksternal dengan cara yang bermanfaat tanpa bantuan perangkat tertentu. Dikatakan kecerdasan pasif karena mekanisme kerjanya antara lain dalam bentuk, swa-perkiraan, swa-pemulihan, swa-pengaturan, dan swa-perbaikan. Sebagai contoh keramik kecerdasan pasif yaitu ZnO . Seng oksida (ZnO) adalah divais elektronik yang fungsi utamanya menahan dan membatasi lonjakan tegangan tinggi akibat sambaran petir dan dapat digunakan berulang kali tanpa rusak. Ketika listrik tegangan tinggi petir menyambar, varistor ZnO akan kehilangan banyak hambatan listrik dan meneruskan arus ke tanah (*ground*). Perubahan hambatan listrik itu dapat bolak-balik dan berperilaku sebagai fenomena proteksi siaga. ZnO sebagai bahan varistor, karena mempunyai

mekanisme swa-perbaikan dimana hubungan non-linier arus - tegangan (I-V) dapat disimpan dengan memberikan pulsa tegangan berulang. Kenon-linieran varistor terjadi karena terbentuknya lapisan di batas butir yang berasal dari zat penambah/penguat^[1-3]. Peningkatan faktor kenon-linieran varistor terjadi jika perbedaan konduktivitas antara butir dan batas butir semakin besar. Secara teoritis makin tinggi temperatur penyinteran, makin baik densitas dan makin besar ukuran butir ZnO , tetapi merugikan dari segi efisiensi. Penambahan TiO_2 kedalam matriks ZnO dapat menghasilkan tiga kondisi sebagai berikut, *Pertama*, TiO_2 masuk kedalam matriks ZnO dan membentuk larutan padat sempurna baik berupa larutan padat substitusi maupun interstisi; *Kedua*, TiO_2 masuk kedalam matriks ZnO dan tidak membentuk larutan padat sama sekali dengan TiO_2 kemudian tersegregasi di batas butir sebagai fasa kedua; *Ketiga*, TiO_2 masuk kedalam matriks

ZnO dan sebagian darinya membentuk larutan padat sementara sebagian lagi tersegregasi di batas butir sebagai fasa kedua [4]. Pada penelitian ini pembuatan bahan keramik ZnO-TiO₂ dilakukan dengan menggunakan teknik metalurgi serbuk, yang dimaksudkan agar dicapai pembentukan butir halus, meminimalkan kehilangan bahan, dan menjaga toleransi dimensi. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh penambahan dopan TiO₂ pada matriks ZnO dalam proses pembuatan bahan keramik ZnO-TiO₂ terhadap uji densitas, kekerasan, dan identifikasi fasa.

METODOLOGI

Bahan

Serbuk ZnO 99,9 %, serbuk TiO₂ 99 %, etil alkohol (merck).

Alat

Hardness Tester (Matsuzawa tipe MXT-50), furnace (KLP600), Difraktometer sinar-x (XD610) . Timbangan (Sartorius), Ball Mill, Alat Press dan Perlengkapannya.

Tata Kerja

Sampel serbuk ZnO dicampur dengan serbuk TiO₂ dengan variasi persen molekul ZnO:TiO₂, yaitu (95 : 5[ZT1], 90 : 10[ZT2], 85 : 15[ZT3], 80 : 20[ZT4], dan 75 : 25[ZT5]), dan diaduk didalam media etil alkohol selama 30 menit, untuk mengeringkan serbuk campuran kemudian dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 8 jam. Serbuk kedua campuran selanjutnya diaduk dan digerus di dalam cawan untuk menjamin kedua campuran tersebut homogen. Kemudian dikompaksi dengan tekanan 4,5 ton/cm² ditahan selama 5 menit masing-masing sampel dengan ukuran diameter 10mm dan tebal 2mm, selanjutnya dikompaksi dingin 4,5 ton/cm², disinter pada temperatur 1250°C selama 1 jam serta didinginkan dengan udara. Sampel yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi terhadap uji kekerasan menggunakan metode Vicker, (ASTM E384-389. HVN= 1,854 P/ D²) pembebanan 0,2 Kg selama 40 detik dan uji densitas menggunakan metode Archimedes/ASTM C 20 - 92) dan identifikasi fasa dengan alat difraktometer sinar-x, radiasi CuKα, tegangan : 30 Kv, Arus : 30 mA, panjang gelombang (λ)= 1,505480 Å , metode pengukuran : *step-count*, *preset-time*: 1,0 detik, *scan mode*: *continyu*, *scan speed* : 4°/menit dan daerah sudut pengukuran 2θ = 20-90°. Pengukuran parameter kisi dengan bantuan hukum Bragg :

$$2 d_{hkl} \sin \theta = n \lambda$$

dimana d_{hkl} adalah jarak antar bidang refleksi, θ adalah sudut difraksi, n adalah orde refleksi dan λ adalah panjang gelombang sinar-x. Hubungan antara d_{hkl} dengan parameter kisi untuk sistem heksagonal :

$$1/(d_{hkl})^2 = 4/3 (h^2 + hk + k^2)/a^2 + 1/c^2$$

dimana a , dan c , adalah parameter kisi.

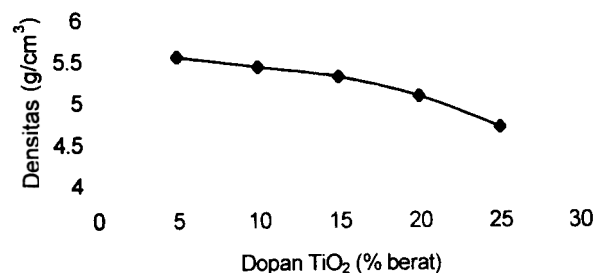
HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis Densitas

Dari pengujian densitas yang dilakukan dihasilkan (Tabel 1 dan Gambar 1). Dari Gambar 1, menunjukkan bahwa dengan penambahan dopan TiO₂ pada ZnO terjadi penurunan densitas, tetapi porositasnya meningkat. Secara umum temperatur sinter yang tinggi berarti akan makin besar pula energi aktivasi yang mendorong terjadinya transfort massa selama sinter. Hal ini mengakibatkan penurunan tegangan pada interface ZnO-TiO₂ yang juga berarti penurunan tegangan sisa yang terbentuk serta mengakibatkan penyusutan yang terjadi makin kecil, penyusutan yang kecil menyebabkan densifikasi karena volume sampel membesar dan partikel menjadi kurang rapat. Juga disebabkan karena makin tinggi dopan TiO₂ ditambahkan dalam matrik ZnO, maka terjadi penyusutan volum yang makin kecil. Menurut peneliti terdahulu^[5,7], menyatakan bahwa penambahan dopan menurunkan konduktifitas listrik ZnO, karena pembawa muatan menjadi lebih sukar mengalir pada ZnO yang ditamahi dopan.

Tabel 1. Data densitas terhadap variasi dopan TiO₂ dari bahan keramik ZnO-TiO₂

Bahan keramik ZnO- TiO ₂	Densitas (g/cm ³) terhadap variasi dopan TiO ₂ 1250°C	Porositas (%) terhadap variasi dopan TiO ₂ 1250°C
ZT1	5,52	6,49
ZT2	5,40	7,11
ZT3	5,28	7,32
ZT4	5,05	7,75
ZT5	4,68	8,38



Gambar 1. Grafik hubungan dopan TiO₂ terhadap densitas dari bahan ZnO-TiO₂

Hambatan bagi pembawa muatan (arus listrik) datang dari lapisan batas butir yang dibentuk oleh dopan. Lapisan ini terbentuk karena selama pemanasan, dopan tidak larut padat di dalam ZnO tetapi tersegregasi di batas butir dan meleleh. Penambahan dopan telah

meningkatkan harga faktor ke *nonlinearan* (α), berarti makin besar α , semakin meningkatkan kinerja varistor.

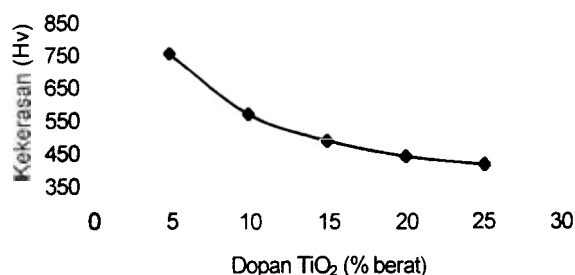
Analisis Kekerasan

Hasil pengukuran kekerasan terhadap variasi dopan TiO₂ dari bahan keramik ZnO-TiO₂ diperlihatkan pada Tabel 2 dan Gambar 2. Tabel 2 berikut ini menunjukkan hasil pengukuran kekerasan (Hv) sampel bahan keramik ZnO-TiO₂ yang disintering pada temperatur 1250°C dengan waktu 1 jam.

Tabel 2. Data kekerasan terhadap variasi dopan TiO₂ dari bahan keramik ZnO- TiO₂

Bahan keramik ZnO-TiO ₂	Kekerasan (Hv) terhadap variasi dopan TiO ₂ 1250°C
ZT1	745,7
ZT2	559,1
ZT3	478,4
ZT4	431,9
ZT5	408,6

Seperti terlihat Gambar 2, terdapat kecenderungan bahwa kekerasan menurun dengan bertambah dopan TiO₂. Untuk logam yang tidak memiliki pori kekerasan berbanding terbalik dengan ukuran butir. Pada keramik hubungan ini tidak selalu nampak karena keramik mempunyai porositas. Tinggi rendahnya porositas ini tergantung pada cara sintesanya. Hal ini disebabkan ukuran butir bertambah dengan bertambahnya dopan TiO₂ sedangkan pertambahan butir umumnya diikuti oleh penurunan kekerasan. Menurut peneliti^[6], menyatakan bahwa tingkat kekuatan / kekerasan suatu bahan ditentukan oleh kemampuan atom-atom dalam kristal mengalami pengerasan ketika dibebani secara plastis, semakin besar energi yang diperlukan untuk menimbulkan pergeseran atom-atom (dislokasi) tersebut berarti semakin kuat bahan tersebut. Terbentuknya dislokasi serta kondisi pergerakannya didalam kristal dipengaruhi tidak hanya oleh tingkat kerapatan atom dalam kristal, tetapi juga oleh faktor rintangan (*barrier*) yang terjadi dalam kristal terutama pada batas kristal atau batas butir, sehingga pada daerah tersebut susunan atom-atomnya menjadi tidak teratur.

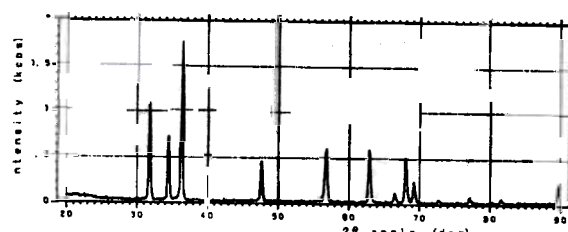


Gambar 2. Hubungan temperatur terhadap kekerasan dari bahan ZnO-TiO₂

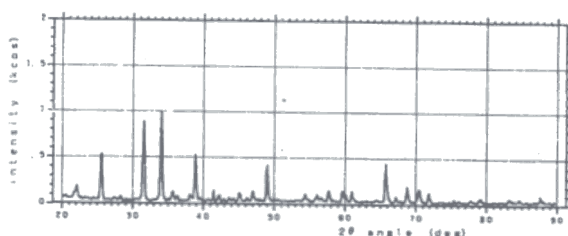
Akibatnya atom-atom pada batas kristal mempunyai mobilitas yang tinggi dibandingkan dengan atom-atom dalam kristalnya. Karena itu bila terjadi deformasi plastis maka dislokasi pada umumnya terjadi dari batas kristal dan kemudian bergerak didalam dan akhirnya berhenti pada batas kristal berikutnya.

Analisis Identifikasi fasa

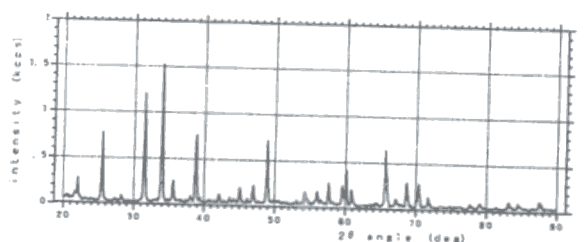
Hasil pengukuran identifikasi fasa dengan difraktometer sinar-x, untuk pola difraksi bahan ZnO, bahan keramik ZnO-TiO₂ penambahan dopan TiO₂ 5 % mol, dan bahan keramik ZnO-TiO₂ dan penambahan TiO₂ 25%mol., pada temperatur sinter 1250°C, dapat dilihat pada Gambar 3, 4, dan 5, serta Tabel 3.



Gambar 3. Difraktogram dari bahan keramik ZnO



Gambar 4. Difraktogram dari bahan keramik ZnO-TiO₂ dopan TiO₂ 5%.



Gambar 5. Difraktogram dari bahan keramik ZnO-TiO₂ dopan TiO₂ 25%.

Memfaatkan data standar dari JCPDS ^[8,9], hasil pengukuran bahan ZnO, mempunyai parameter kisi: $a = 3,249858 \text{ \AA}$, dan $c = 5,205619 \text{ \AA}$, dimana ZnO sama sekali tidak mengalami transformasi fasa walaupun walaupun diberikan perlakuan.

Gambar 3, menunjukkan bahwa terdapat beberapa puncak difraksi dari bahan ZnO sebagai matrik. Dari Gambar 4, dan 5, menunjukkan bahwa terdapat beberapa puncak difraksi yang sama, namun beda intensitas puncak difraksinya, serta terdapat empat puncak difraksi yang beda terhadap matrik bahan ZnO yaitu pada sudut $2\theta = 22, 26, 39, \text{ dan } 49^\circ$. Hal ini disebabkan jumlah atom yang memantulkan sinar-x arah

bidang itu besar, *mozaic spread* dan faktor *preferred orientation* yang kuat [7]. Menurut referensi bahan TiO₂ [8,9], mempunyai parameter kisi: $a = 5,139447 \text{ \AA}$, dan $c = 13,659326 \text{ \AA}$, karena jari-jari atom ZnO lebih kecil dari jari-jari atom TiO₂ maka penambahan TiO₂ ke dalam ZnO melalui proses sinter, ternyata tidak menyebabkan berubahnya parameter kisi sehingga hanya terjadi intertisi. Fasa β -TiO₂ memiliki struktur pseudokubik tetragonal dan stabil pada temperatur di atas 1000 °C.

KESIMPULAN

Dari analisa dapat disimpulkan bahwa, pengaruh temperatur sinter terhadap nilai Kekerasan dan densitas jauh lebih efektif dari pada penambahan TiO₂ ke dalam matriks ZnO. Identifikasi fasa menunjukkan bahwa fasa dominasi untuk keramik ZnO-TiO₂ yang terbentuk adalah fasa β pseudokubik tetragonal ZnO dan fasa minoritas TiO₂.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. TATA SURDIA, SHINROKU SAITO, *Pengetahuan Bahan Teknik*, Pradnya Paramita, hal 368-372.
- [2]. MATSUKO M, *Japane Journal of Applied Physics*, June 1971, 10(6), 736.
- [3]. DANI GUSTAMAN, BAMBANG A., ENKIR S., *Studi Pengaruh Temperatur penyinteran Terhadap Struktur mikro varistor ZnO-Bi₂O₃* Menggunakan SEM, Journal Mikroskopi dan Mikroanalisis, ISSN 1410-5594, 1998, hal.161-165.
- [4]. DANI GUSTAMAN SYARIF, *Struktur mikro dan sifat mekanik pelet sinter UO₂ murni dan didoping TiO₂*, Prosiding Pertemuan Ilmiah Sains Materi 1997, ISSN 1410-2897, 1997, hal.1-5.
- [5]. DANI GUSTAMAN SYARIF, SAEFUL H., ENKIR S., ARI H., *Pengaruh parameter penyinteran terhadap karakteristik E-J ZnO dan varistor ZnO-Bi₂O₃*, Prosiding Pertemuan Ilmiah Sains Materi III, ISSN 1410-2897, 1998, hal.175-179.
- [6]. GERMAN R.M., *Sintering Theory and Practice*, Singapore : John Wiley & Sons Inc., 1996.
- [7]. ENKIR SUKIRMAN DAN DANI GUSTAMAN, *Studi Difraksi sinar-x pada Varistor ZnO yang didoping Bi₂O₃ dan disinter pada berbagai suhu*, Prosiding Pertemuan Ilmiah Sains Materi III, ISSN 1410-2897, 1998, hal.243-245.
- [8]. MORRIS, M. C., *Powder diffraction Data*, Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS), USA, 1976.
- [9]. HELEIN, D.H, Etal, *Powder diffraction File Alpha betical Indexes, InorgaNic Phases*, Set 1-45, ICDD, Pennsylvania 19073- 3273, USA
- [10]. GERMAN R.M., *Sintering Theory and Practice*, Singapore : John Wiley & Sons Inc., 1996.
- [11]. ENKIR SUKIRMAN DAN DANI GUSTAMAN, *Studi Kristalografi Varistor ZnO yang didoping Oksida Bi, Al, Nb, dan Mn*, Journal Sains Materi Indonesia, Vol.1, N0.1, Oktober 1999, hal.29-35.

Tabel 3. Data hasil pengukuran dengan difraksi sinar-x pada variasi dopan TiO₂ pada bahan keramik ZnO- TiO₂

Bahan keramik ZnO			Penambahan TiO ₂ (5%)			Penambahan TiO ₂ (25%)		
2 θ	d (Å)	h k l	2 θ	d (Å)	h k l	2 θ	d (Å)	h k l
36,296	2,518	(104)	36,341	2,509	(104)	36,285	2,511	(104)
33,952	2,638	(002)	33,960	2,632	(002)	33,895	2,608	(002)
31,567	2,831	(100)	31,567	2,833	(100)	31,583	2,811	(100)
25,495	3,490	(012)	25,495	3,489	(012)	25,463	3,370	(012)

TANYA - JAWAB

Penanya : Mohammad Ramlan (UPT-LSDE, BPPT)

Aplikasi bahan yang dibuat pada penelitian ini.?

2. Penelitian ini akan mengembangkan keahlian dibidang kimia elektronik, apakah ada rencana untuk pengembangan bidang diatas.? Bagaimana sosialisasi produk bahan ini.?

Jawaban

Aplikasi dari bahan Keramik ZnO-TiO₂ adalah sebagai bahan dasar varistor. Varistor adalah salah satu komponen yang dapat digunakan untuk melindungi alat elektronik maupun listrik dari bahaya tegangan berlebihan (*Over voltage*) dan petir, dan untuk keperluan stabilisasi tegangan.

2. Ada. Sosialisasi produk ini, baru dalam seminar ini.